



Deterjen Serbuk - Bagian 5: Cara uji kadar fosfat total secara spektrofotometri



© BSN 2011

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

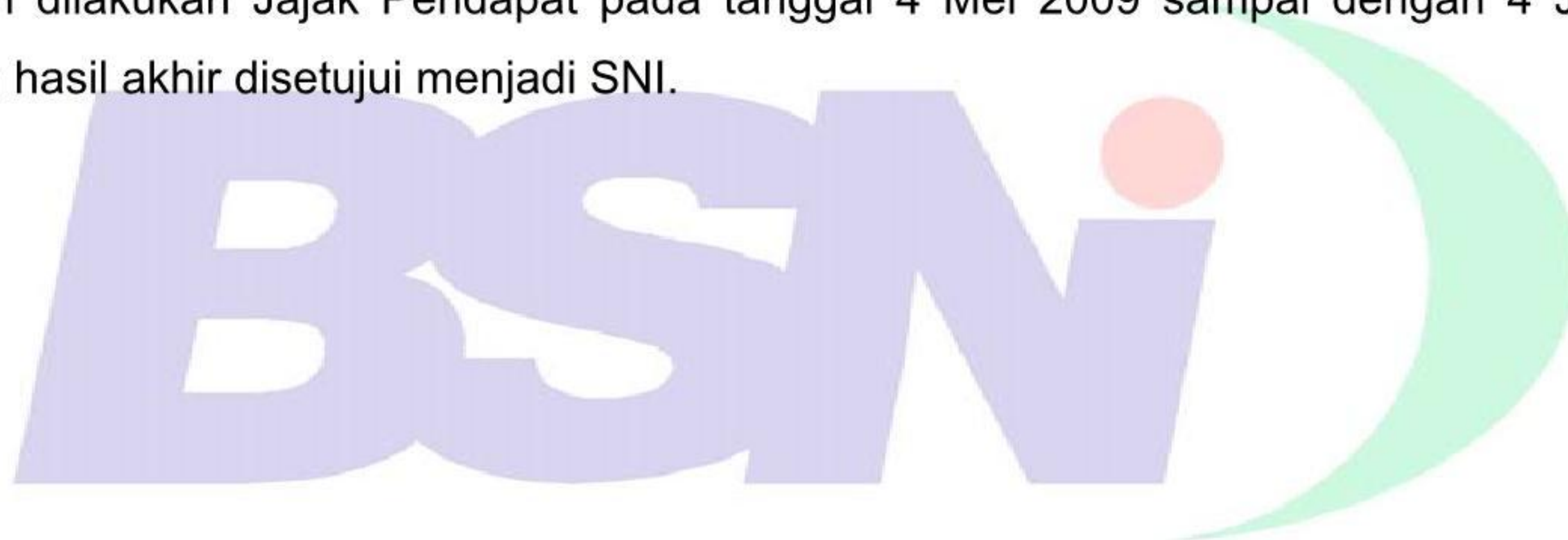
Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Istilah dan definisi	1
3 Cara uji	1
4 Pengendalian mutu.....	4
Lampiran A (normatif) Pelaporan.....	6
Lampiran B (informatif) Lembar modifikasi	7
Bibliografi	8



Prakata

SNI 7554.5:2011 dengan judul *Deterjen Serbuk - Bagian 5: Cara uji kadar fosfat total secara spektrofotometri* menjelaskan metode uji yang digunakan untuk menentukan pH larutan deterjen. SNI ini merupakan adopsi modifikasi dengan metode terjemahan dari ASTM D 820-93 (2003), *Standard Test Methods for Chemical Analysis of Soaps Containing Synthetic Detergents*. Adapun daftar lengkap hasil modifikasi, bersama dengan penjelasannya, diberikan dalam Lampiran B.

SNI ini disusun oleh Sub Panitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan*. SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus SPT 13-03-S1 dengan anggota yang mewakili pihak produsen, konsumen, ilmuwan dan instansi teknis pada tanggal 1 Mei 2007 di Serpong. Selain itu SNI ini telah dilakukan Jajak Pendapat pada tanggal 4 Mei 2009 sampai dengan 4 Juli 2009 dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.



Deterjen Serbuk - Bagian 5: Cara uji kadar fosfat total secara spektrofotometri

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan fosfat total dalam deterjen dengan kadar lebih kecil dari 2 % sebagai P_2O_5 .

2 Istilah dan definisi

2.1

serbuk deterjen

sediaan pembersih berbentuk serbuk yang dibuat dari bahan dasar surfaktan dengan penambahan bahan lain yang diijinkan dan digunakan untuk mencuci pakaian.

2.2

air bebas mineral

air yang diperoleh dengan cara penyulingan ataupun proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktivitas lebih kecil dari 2 $\mu S/cm$.

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Polifosfat dalam larutan contoh uji dihidrolisis dengan asam sulfat menjadi ortofosfat. Ortofosfat yang terbentuk kemudian direaksikan dengan larutan pereaksi molibdat membentuk kompleks biru molibdenum. Setelah tahap ekstraksi dengan isobutanol kompleks biru molibdenum diukur secara spektrofotometri pada panjang gelombang 690 nm.

3.2 Bahan

- a) Air bebas mineral;
- b) Larutan pereaksi molibdat disiapkan dari larutan asam sulfat, amonium molibdat, kalium antimoniltartrat, dan asam askorbat sebagai berikut:
 - 1) Larutan A, asam sulfat, H_2SO_4 – Tambahkan dengan hati-hati sambil didinginkan, 140 mL asam sulfat pekat pada 900 mL air bebas mineral dan dinginkan pada suhu kamar.
 - 2) Larutan B, amonium molibdat, $(NH_4)_6Mo_7O_{24}$ – Larutkan 15,00 g amonium molibdat dalam 500 mL air bebas mineral. Simpan di tempat yang terlindung dari cahaya.
 - 3) Larutan C, asam askorbat – Larutkan 13,50 g asam askorbat dalam 250 mL air bebas mineral. Simpan pada suhu 4 °C. Larutan ini hanya bisa dipakai maksimal 1 minggu.
 - 4) Larutan D, kalium antimoniltartrat, $K(SbO)C_4H_4O_6$ – Larutkan 0,35 g kalium antimoniltartrat dalam 500 mL air mineral. Simpan pada suhu 4 °C di tempat yang terlindung dari cahaya.
- c) Campurkan secara berurutan 125 mL larutan A, 50 mL larutan B, 50 mL larutan C dan 25 mL larutan D. Larutan campuran pereaksi molibdat ini berwarna kuning. Biarkan hingga mencapai suhu kamar sebelum digunakan. Larutan tidak dapat digunakan jika larutan tersebut berwarna biru atau kehijauan. Hal ini menunjukkan adanya kontaminasi fosfat.

Larutan campuran pereaksi molibdat ini harus disiapkan dalam keadaan segar setiap kali akan digunakan.

- d) kalium dihidrogen fosfat, KH_2PO_4 (anhidrat), p.a;
- e) isobutanol, $i\text{-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ p.a;
- f) etanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ p.a;
- g) asam sulfat pekat, H_2SO_4 p.a ; dan
- h) asam sulfat, H_2SO_4 1N.

3.3 Peralatan

- a) Spektrofotometer Sinar Tampak ;
- b) labu ukur 25,0 mL; 50,0 mL; 100,0 mL; 250 mL; 500,0 mL dan 1000,0 mL;
- c) gelas ukur 10 mL; 25 mL; 50 mL; 100 mL; 250 mL; 500 mL dan 1000 mL;
- d) gelas piala 10 mL; 25 mL; 50 mL; 100 mL; 250 mL; 500 mL; 1000 mL dan 2000 mL;
- e) timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- f) pipet volumetrik 2,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL dan 25,0 mL; atau buret
- g) corong pisah; dan
- h) oven.

3.4 Persiapan pengujian

3.4.1 Pembuatan larutan induk fosfat 100 mg P/L (100 μg P/mL)

- a) Keringkan kalium dihidrogen fosfat (anhidrat) pada suhu 105°C selama 1 jam.
- b) Larutkan $0,4394 \pm 0,0002$ g KH_2PO_4 dalam labu ukur 1000,0 mL.
- c) Tambahkan air bebas mineral sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan.

CATATAN Larutan induk fosfat yang digunakan dapat diperoleh dari larutan induk fosfat siap pakai yang diperdagangkan.

3.4.2 Pembuatan larutan baku 1,00 mg P/L

- a) Pipet 10 mL larutan induk ke dalam labu ukur 1000,0 mL
- b) Tambahkan air bebas mineral sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan.

3.4.3 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut:

- a) Pipet sebanyak 10,0 mL; 20,0 mL; 30,0 mL; 40,0 mL dan 50,0 mL larutan baku ke dalam corong pisah 250 mL yang berbeda, masing-masing berisi air bebas mineral sebanyak 50 mL,

CATATAN Perlakuan ini dapat juga menggunakan buret.

- b) Tambahkan air bebas mineral ke dalam masing-masing corong pisah hingga volumenya mencapai 100 mL. Untuk larutan blanko tambahkan 100 mL air bebas mineral ke dalam corong pisah lainnya,
- c) Tambahkan 20 mL larutan pereaksi molibdat perlahan-lahan pada masing-masing larutan dari langkah 3.4.3 b), tutup dan kocok corong pisah hingga homogen,
- d) Diamkan corong pisah selama 10 – 15 menit,
- e) Tambahkan 40 mL isobutanol secara perlahan, dan kocok selama 60 ± 10 detik. Diamkan corong pisah selama 5 – 10 menit untuk memisahkan dua lapisan,
- f) Buang lapisan airnya; pindahkan lapisan isobutanol ke dalam labu ukur 50 mL, bilas dinding corong pisah dengan 5 mL etanol,
- g) Encerkan ekstrak dengan etanol hingga tanda tera, kemudian homogenkan,
- h) Ukur serapan ekstrak pada langkah 3.4.3 g) pada panjang gelombang 690 nm dalam kuvet 1 cm. Pengukuran serapan harus dilakukan dalam waktu paling lama 1 jam setelah pembentukan warna,
- i) Buat kurva kalibrasi dengan cara memplotkan nilai absorbansi terhadap kandungan P (dalam mikrogram) dan tentukan persamaan garis lurusnya,
- j) Jika koefisien korelasi regresi linier (r) $< 0,995$, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.4.3 b) sampai dengan h) hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$,

3.5 Prosedur

- a) Dengan menggunakan Tabel 1 dibawah ini, timbang contoh uji serbuk deterjen dengan ketelitian $\pm 0,1$ mg dalam gelas piala 50 mL:

Tabel 1 - Perkiraan berat contoh uji

% Berat Fosfor yang diperkirakan	Berat contoh uji (W), g	Cuplikan (C), mL	Volume labu ukur (V), mL
0 – 1	10,0	5	100,0
1 – 2	10,0	10	1000,0

- b) Pindahkan ke dalam gelas piala 1000 mL, tambahkan air bebas mineral hingga volume total mencapai 500 mL,
- c) Tambahkan dengan hati-hati 50 mL asam sulfat pekat ke dalam larutan contoh uji disertai pengadukan secara perlahan,

CATATAN Jika terdapat karbonat, usahakan selama penambahan asam agar pembentukan CO_2 tidak menyebabkan contoh uji meluap.

- d) Panaskan pada penangas air selama 1 jam,
- e) Pindahkan kedalam labu ukur 1000,0 mL, tepatkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera,
- f) Pipet cuplikan larutan pada langkah 3.5 e) (C mL) ke dalam labu ukur (V mL), dengan ukuran sesuai yang tercantum dalam Tabel 1. Larutan tersebut selanjutnya ditepatkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera,

CATATAN Kombinasi lain dari cuplikan larutan dan ukuran labu dapat digunakan jika diinginkan. Larutan contoh uji yang diencerkan tersebut harus mengandung sekitar 20 µg sampai 40 µg P/10 mL (2 µg/mL hingga 4 µg/mL).

- g) Pipet 10 mL larutan pada langkah 3.5 f) ke dalam corong pisah ukuran 250 mL dan pipet 90 mL air,
- h) Tambahkan 2 – 3 tetes larutan indikator fenolftalein dan 3 tetes - 4 tetes larutan NaOH 50%. Tambahkan H₂SO₄ 1 N tetes demi tetes hingga contoh uji tepat menjadi tidak berwarna,
- i) Selanjutnya lakukan langkah 3.4.3.c) sampai 3.4.3.h).

3.6 Perhitungan

- a) Hitung persen berat fosfor yang terdapat pada contoh uji dari berat contoh uji awal, dan faktor pengenceran larutan contoh uji, serta mikrogram fosfor yang terukur dalam cuplikan akhir sebagaimana ditentukan dari kurva kalibrasi fosfor sebagai berikut:

$$A = \frac{(B \times V)}{(W \times C \times 100)} \quad (1)$$

Keterangan :

- A adalah persen berat fosfor
- B adalah jumlah fosfor dalam contoh uji yang diukur diperoleh dengan menggunakan kurva kalibrasi, (mikrogram)
- V adalah volume labu ukur yang digunakan (mL)
- W adalah berat contoh uji (g)
- C adalah volume cuplikan larutan contoh uji (mL)

- b) Data dilaporkan dalam pembulatan angka dua desimal; laporkan setiap nilai yang kurang dari 0,005% berat P sebagai 0,00% berat P; laporkan 0,007% berat P sebagai 0,01 % berat P, dan seterusnya ;
- c) Konversikan % berat P menjadi % berat P₂O₅, kalikan nilai % berat P dengan faktor 2,29.
- d) Hitung kadar fosfat sebagai % STPP (sodium tripolifosfat, Na₅P₃O₁₀, BM = 368), dengan cara sebagai berikut :

$$\text{STPP Total (\% Berat)} = \% \text{P}_2\text{O}_5 \text{ dalam contoh uji} \times \frac{2 \times \text{berat molekul STPP (g/mol)}}{3 \times \text{berat molekul P}_2\text{O}_5 \text{ (g/mol)}} \quad (2)$$

4 Pengendalian mutu

- a) Gunakan bahan kimia pro analisa (pa);
- b) Gunakan alat gelas bebas kontaminasi;
- c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi;
- d) Gunakan air suling bebas organik untuk pembuatan blanko dan larutan kerja;
- e) Dikerjakan oleh analis yang kompeten;
- f) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu simpan maksimum 7 hari;

- g) Perhitungan koefisien korelasi regresi linier (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi;
- h) Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi;
- i) Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5% - 10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference*, RPD) lebih besar atau sama dengan 10%, maka dilakukan pengukuran ketiga untuk mendapatkan RPD kurang dari 10%;

Persen RPD

$$\%RPD = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \right| \times 100\% \quad (3)$$

- j) Lakukan kontrol akurasi dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* atau minimal 1 kali untuk 1 *batch*. Kisaran persen temu balik adalah 85% - 115%.

Persen temu balik (% *recovery*, %R)

$$\%R = \left(\frac{A}{B} \right) \times 100\% \quad (4)$$

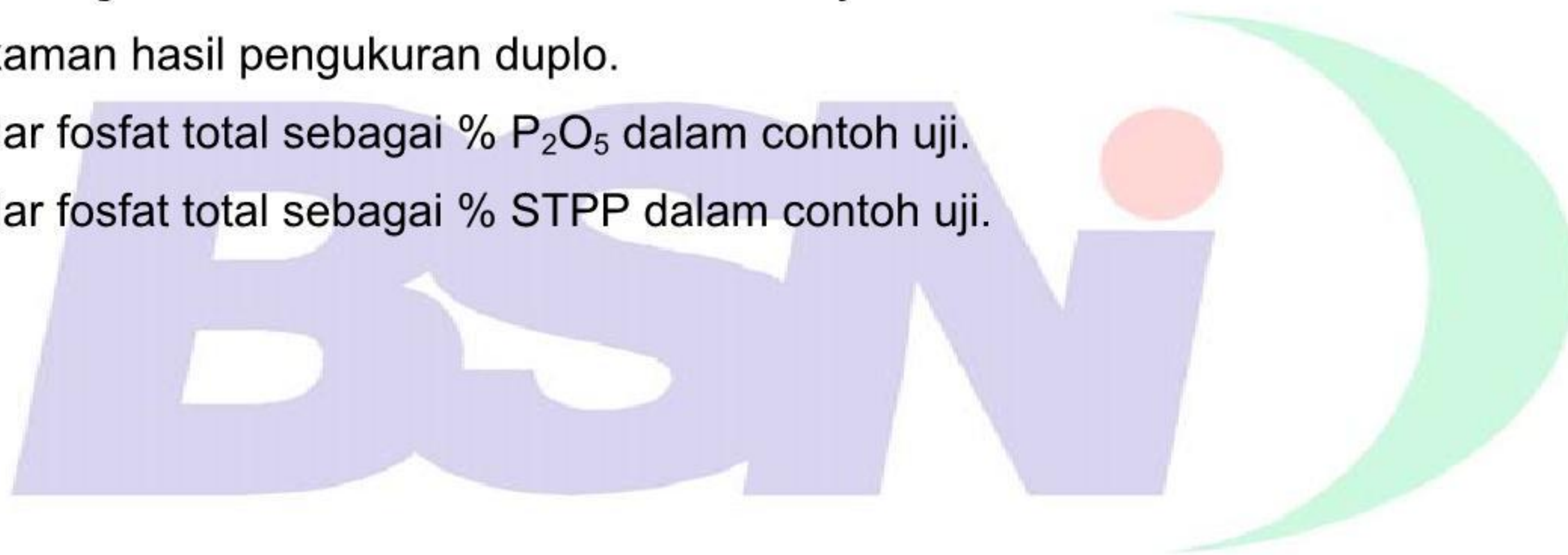
Keterangan:

- A adalah hasil pengukuran larutan baku, dinyatakan dalam milligram per liter (mg/L);
- B adalah kadar larutan baku hasil penimbangan (*target value*), dinyatakan dalam milligram per liter (mg/L).

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis dan tanda tangan.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Nomor contoh uji.
- 5) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 6) Batas deteksi.
- 7) Rekaman absorbansi larutan standar untuk kalibrasi, contoh uji dan blanko.
- 8) Kurva kalibrasi larutan standar.
- 9) Perhitungan kadar % berat P dalam contoh uji.
- 10) Rekaman hasil pengukuran duplo.
- 11) Kadar fosfat total sebagai % P_2O_5 dalam contoh uji.
- 12) Kadar fosfat total sebagai % STPP dalam contoh uji.



Lampiran B
(informatif)
Lembar modifikasi

Tabel B.1 - Lembar modifikasi

No	Pasal asli/rujukan	Uraian	Pasal modifikasi	Alasan
1	3.1 Pereaksi	Keperluan bahan kimia	3.2 Bahan	Isobutanol, etanol, asam sulfat pekat dan asam sulfat 1N dimasukkan karena belum dicantumkan keperluannya
2	Tidak ada	-	3.3 Peralatan	Peralatan-peralatan yang diperlukan belum disebutkan dalam prosedur acuan
3	32	Kalibrasi	3.4 Persiapan pengujian	Pasal ini dibagi menjadi Pembuatan larutan induk fosfat Pembuatan larutan baku Pembuatan kurva kalibrasi Modifikasi penulisan prosedur ini akan memudahkan analisis yang akan mengerjakannya.
4	32.5	Pembuatan kurva kalibrasi yang harus linear dalam intersep +0.01 – 0.03	3.4.3 langkah i	Kurva kalibrasi harus linier dengan korelasi $r \geq 0.995$ lebih jelas pengertiannya daripada mempertimbangkan intersep.
5	34	Perhitungan	3.6 langkah d	Dihitung juga sebagai persentase fosfat total sebagai STPP (Sodium tripolifosfat) sesuai ketentuan kriteria ecolabel
6	34.4 dan 34.5	<i>Reatability and Reproducibility</i>	4.2	Disesuaikan dengan kemampuan pengendalian mutu masing-masing laboratorium pengujian

Bibliografi

Pedoman KAN 800-2004, *Pedoman umum akreditasi dan sertifikasi ecolabel*.

SNI 19-7188.2.1-2007, *Kriteria ecolabel – Bagian 2: Kategori produk deterjen – Seksi 1: Serbuk deterjen pencuci sintetik rumah tangga*.











BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3,4,7,10
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id